

Extraction effective de ^3H & ^{14}C avec un Pyrolyser Raddec

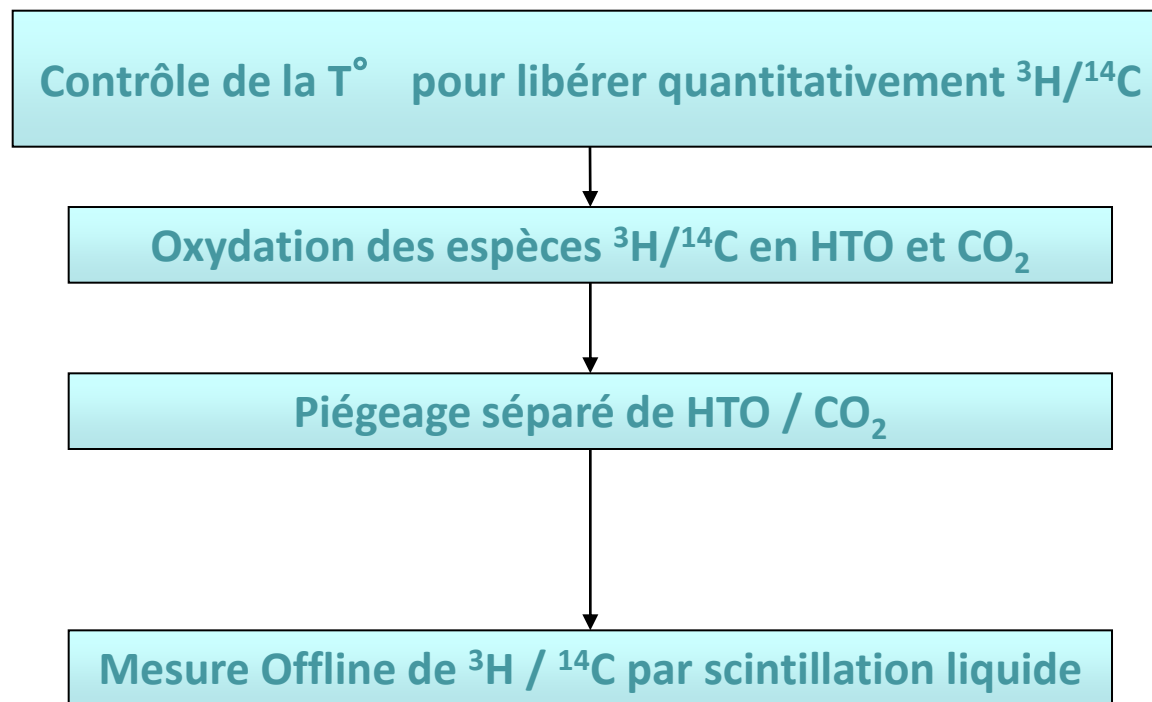


Gamme PYROLYSER



- **Systeme simple d'utilisation élaboré par des scientifiques / analystes.**
- **Décomposition simultanée de 6 échnatillons.**
- **Oxidation efficace des espèces ^3H et ^{14}C libérées (et ^{36}Cl - ^{129}I).**
- **Le four a été validé/testé sur plusieurs années. Il est utilisé à des fins commerciales depuis 2003.**
- **Une veille R&D assure que le système et les procédures sont mis à jour tant du point de vue de la technologie disponible que des recherches les plus récentes**

Principe d'extraction de $^3\text{H}/^{14}\text{C}$



Le système Pyrolyser



Tubes utilisés pour l'analyse de $^3\text{H}/^{14}\text{C}$

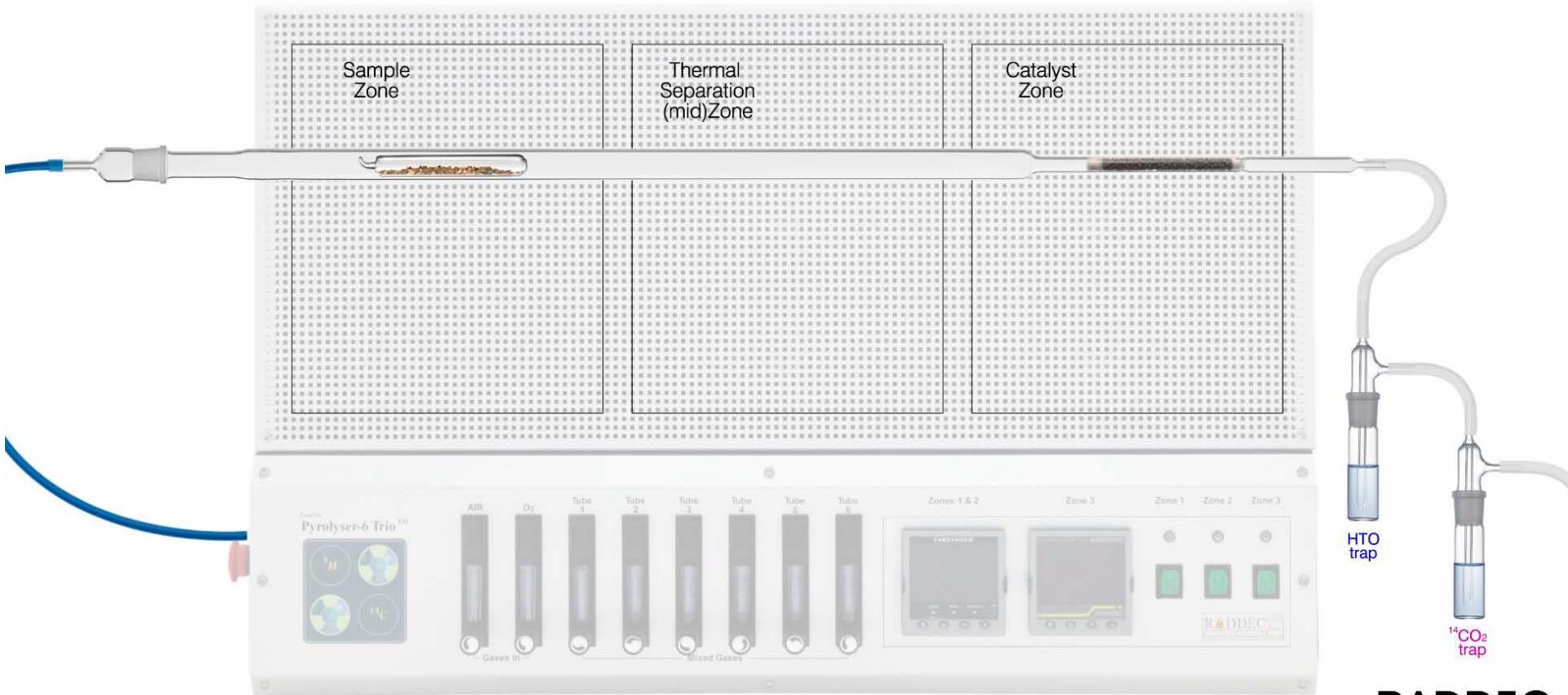


RADDEC
INTERNATIONAL

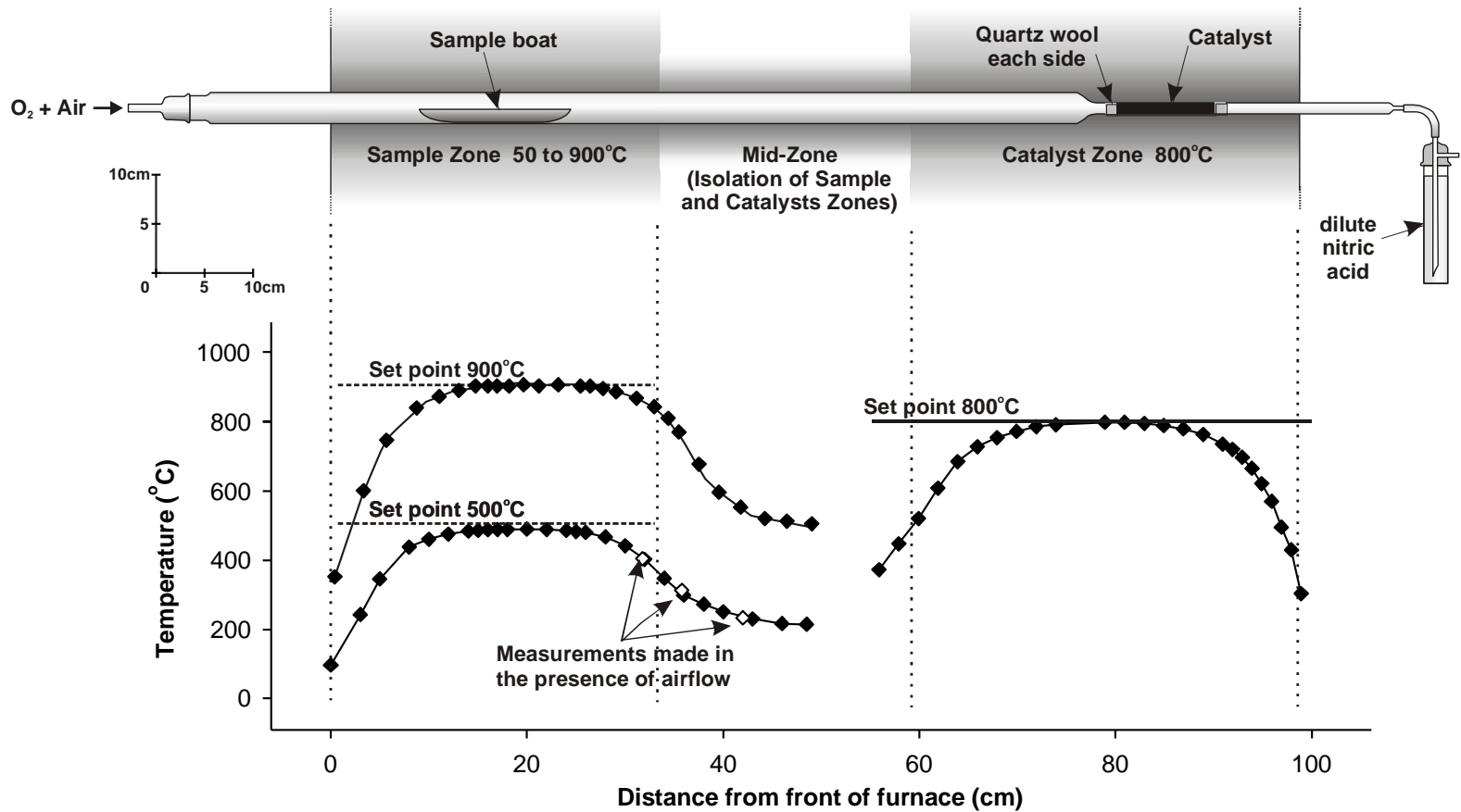
Pyroliseurs avec dispositifs pour 6 (standard), 4 et 2 tubes

RADDEC
INTERNATIONAL

Configuration du système



Profils de température du four



Nacelles pour les échantillons



Nacelles en silice

Nacelles en
Aluminium (< 600°C)



Barboteurs



Barboteurs de 22mL
en verre borosilicaté

Possibilités

- 6 échantillons décomposés simultanément dans un seul four en ~2-4 heures (en fonction de la matrice) en programmant une rampe thermique.
- Le système multi-tubes - encombrement minimum, permet l'analyse de nombreux échantillons sur un espace de laboratoire restreint.
- 10g catalyseur Pt-alumina par tube permettent une 20 d'analyses.
- La zone échantillon peut supporter jusqu'à 900°C permettant une extraction efficace de ^3H extraction des bétons et graphites

Possibilités

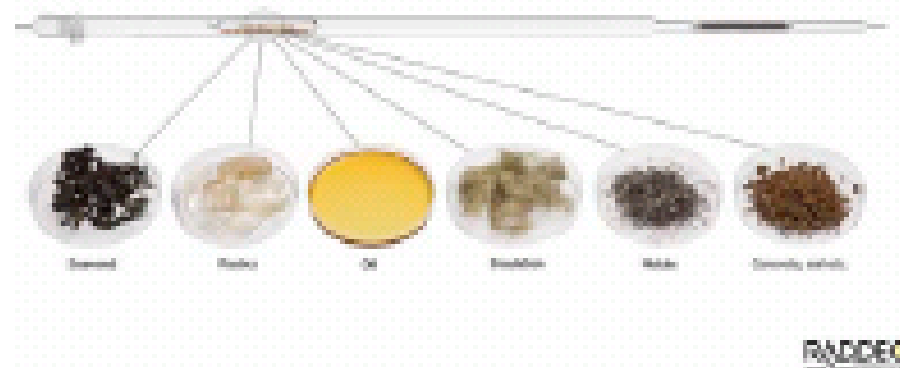
- Le refroidissement rapide de la zone échantillon permet d'optimiser le temps entre chaque d'analyse.
- L'ajout de la zone intermédiaire permet d'éliminer les problèmes de condensation tout en maintenant une différence thermique entre la zone échantillon et la zone du catalyseur.
- Le piègeage dans les Barboteurs (20mls) ont une efficacité >95%.
- Les pyroliseurs sont très fréquemment utilisés pour l'extraction de ^3H et ^{14}C dans divers échantillons (végétation, poisson, sol, sédiment, béton, métaux etc).
- La configuration et le fonctionnement sont issus de plusieurs années de suivi sur des exercices d'intercomparaison, d'analyses sur échantillons environnementaux et de programmes de démantèlement.

Développements récents

- Over-temperature protection on all furnaces
- Refroidissement par ventilation du compartiment électronique
- Contrôle automatisé des gaz pour activer les flux d'air et d'oxygène (AGS system)
- Amélioration de l'informatique associé (fonctionnalités sur les systèmes de contrôle et de dialogues) avec les contrôleurs Eurotherm 3504 & Nanodac
- Développement de verrerie pour l'extraction ^{36}Cl & ^{129}I

Echantillons types de routine

- Echantillons Environnementaux
 - Sol/Sédiment, Fruit, Eau, Herbe, Lait, Poisson, Boue etc.
- Echantillons du démantèlement
 - Béton, Briques, Amiante, MMMF, Métaux, Plastiques, Dessicants, Papier, Fils électrique, Boue, Graphite, Peintures, Huiles etc.




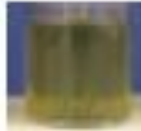







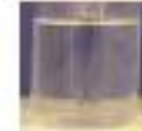




















Volumes d'échantillon

- Echantillons contenant peu de substances organiques
Sol/Sédiment, béton, briques, métaux etc. (1 - 30g)

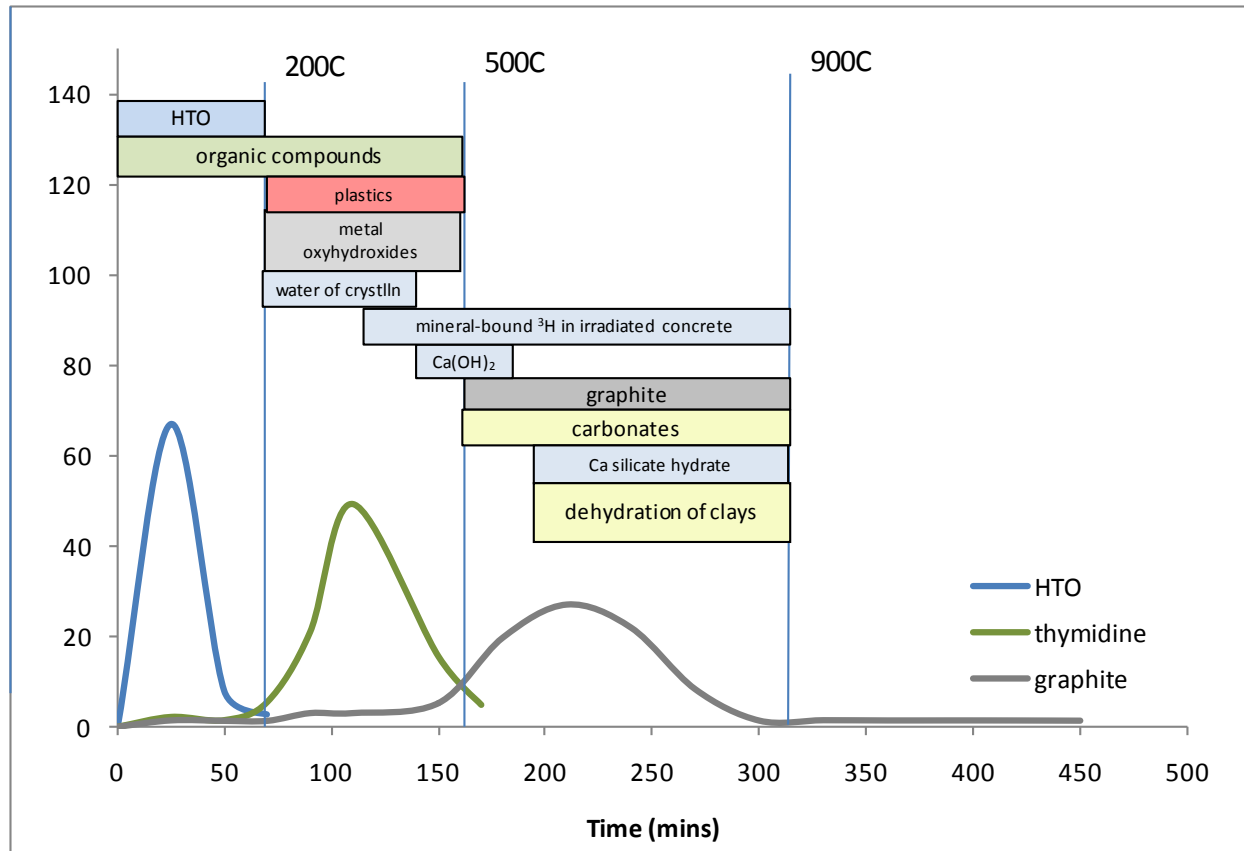
- Echantillons riches en substances organiques
Biota, plastiques, sédiment/sol riches en matières organiques etc.
(Normally 0.5 - 1g si ^{14}C est déterminé).

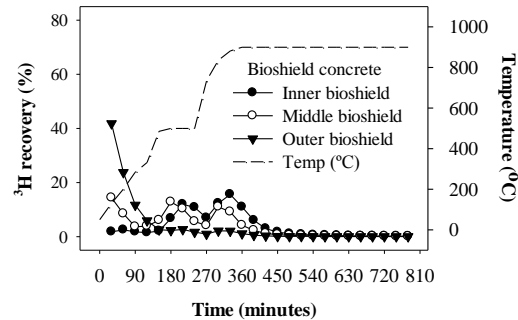
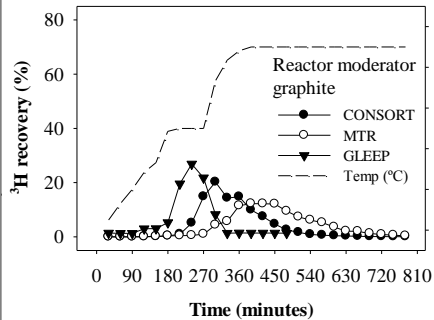
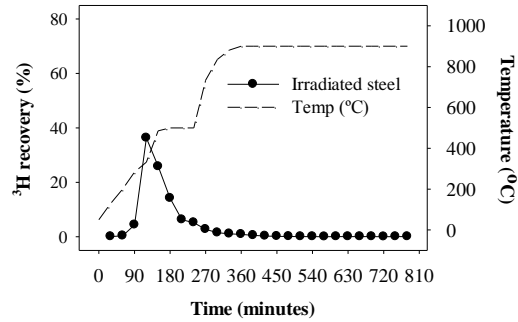
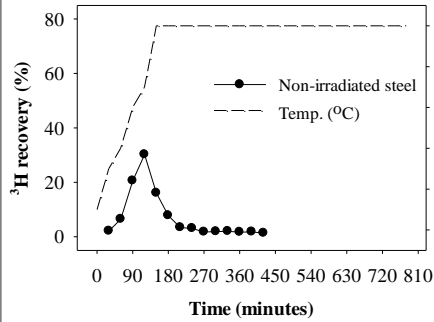
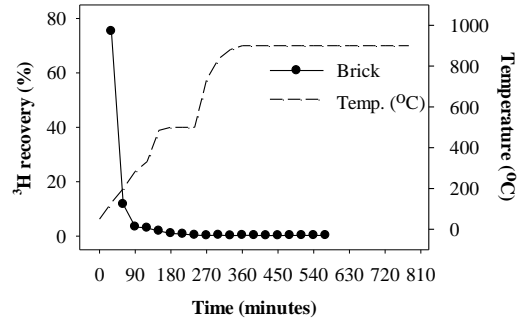
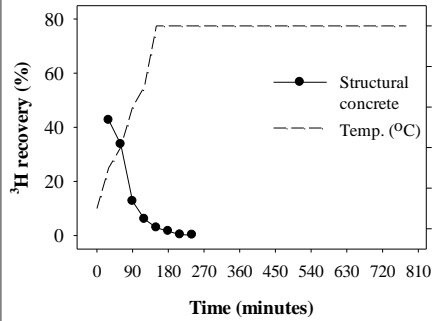
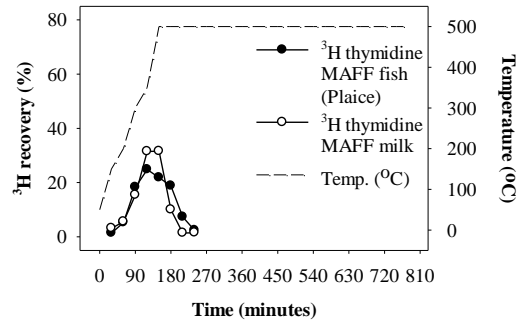
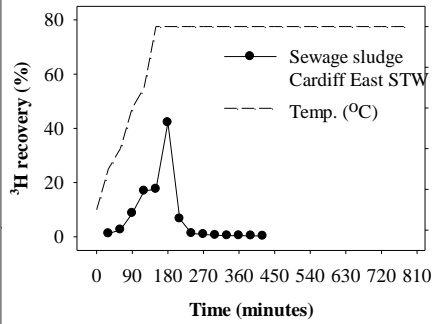
Echantillons jusqu'à 5g lorsque seul tritium est déterminé.

Performances du catalyseur

Catalyst zone temp. (°C)	No catalyst	Quartz glass fragment	Alumina pellet only	CuO granules (oxidant)	Re-used Pt-Al ₂ O ₃ at 800°C	New Pt-Al ₂ O ₃
200						
300						
400						
500						
800						

Profils de désorption ^3H





Profils d'évolution thermique

Effacité de comptage et rendement de récupération du four pour $^3\text{H}/^{14}\text{C}$

	SQPE*	Effacité de comptage	Rendement de récupération du four**	Limite de détection***
^3H	719 - 729	18 – 20 %	> 90 %	0.020 Bq/g
^{14}C	720 - 750	66 – 73 %	> 95 %	0.015 Bq/g

* SQPE typique pour échantillons béton

** Moyenne de 70 mesures avec un standard $^3\text{H}/^{14}\text{C}$ organique

*** 5g d'échantillon et 2 heures de comptage sur Quantulus™

Résultats d'Intercomparaison pour ^3H

Sample	H-3/C-14 type	Measured value Bq/g $\pm 1\sigma$	Reference value Bq/g $\pm 1\sigma$
NPL (2002)	Tritiated water	20 ± 10	20.04 ± 0.18
NPL (2004)	Tritiated water	0.54 ± 0.04	0.539 ± 0.006
NPL (2009)	Tritiated water	1.69 ± 0.28 1.35 ± 0.22	1.688 ± 0.024 1.389 ± 0.030
FSA	H-3 thymidine (Milk)	4.72 ± 0.66	Mean = 4.04 0.18 – 4.93
FSA	H-3 thymidine (Plaice)	4.42 ± 0.30	Mean = 4.67 2.7 – 8.3

Résultats d'Intercomparaison pour ^{14}C

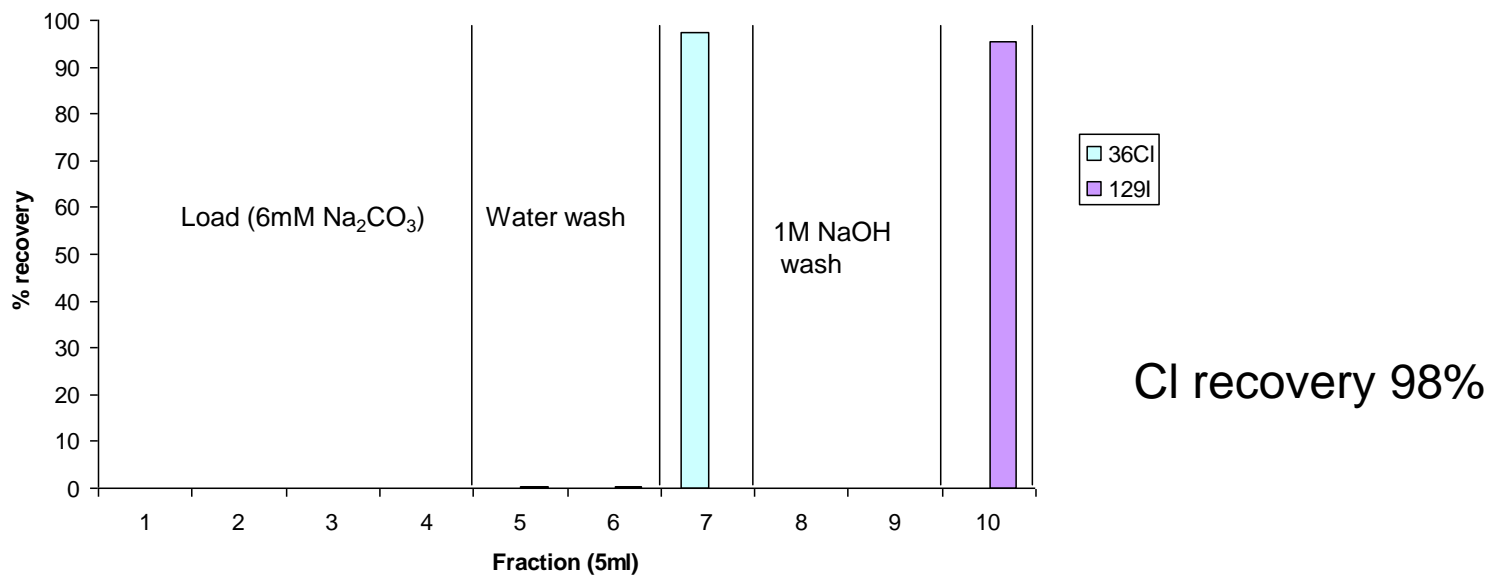
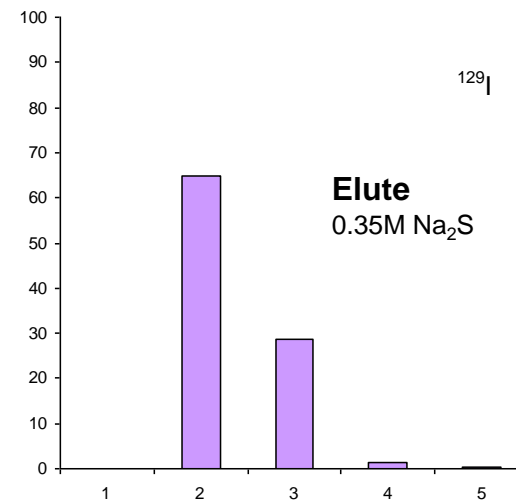
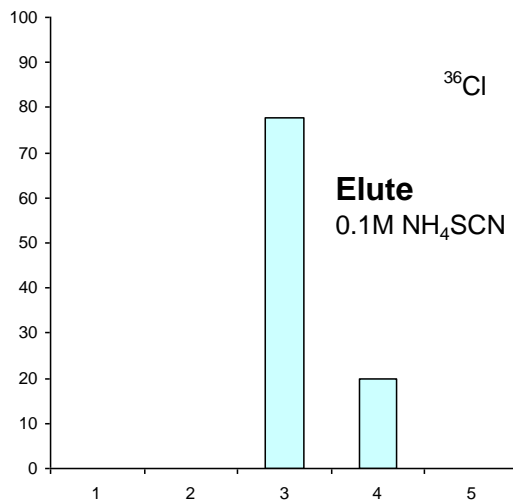
Sample	Composition	Measured value Bq/g $\pm 1\sigma$	Reference value Bq/g $\pm 1\sigma$
NPL (2004)	C-14 carbonate in solution	23 ± 2	24.4 ± 0.5
NPL (2004)	C-14 carbonate in solution	0.9 ± 0.1	0.905 ± 0.006
IAEA C2	Carbonate	< 0.02	0.0112
IAEA C6	Sucrose	0.13 ± 0.01	0.143
IAEA C7	Oxalic acids	0.02 ± 0.01	0.021

Verrerie pour analyse ^{36}Cl / ^{129}I

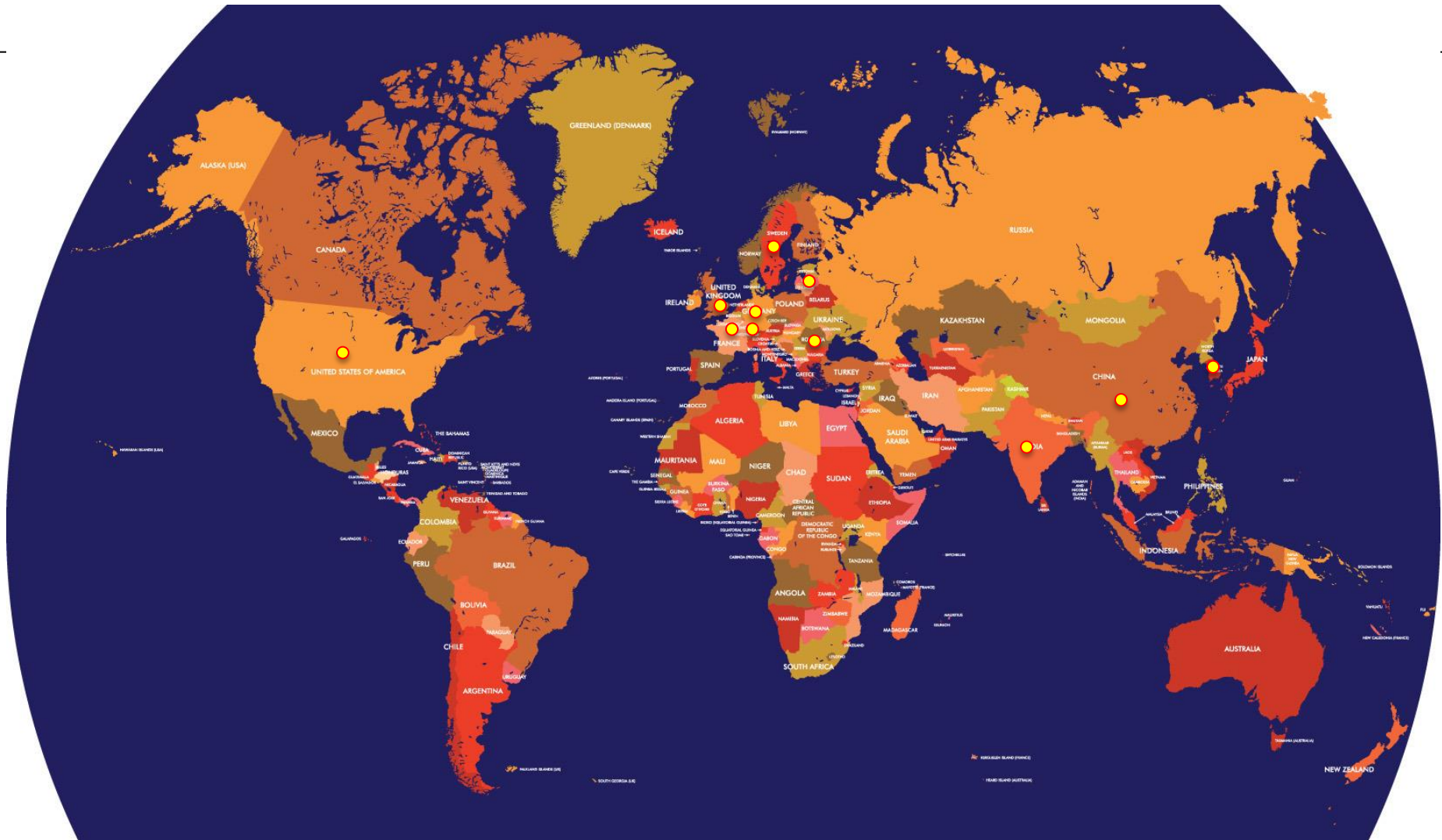


Solution 6 mM Na_2CO_3
dans barboteur

Séparation avec Résine Cl

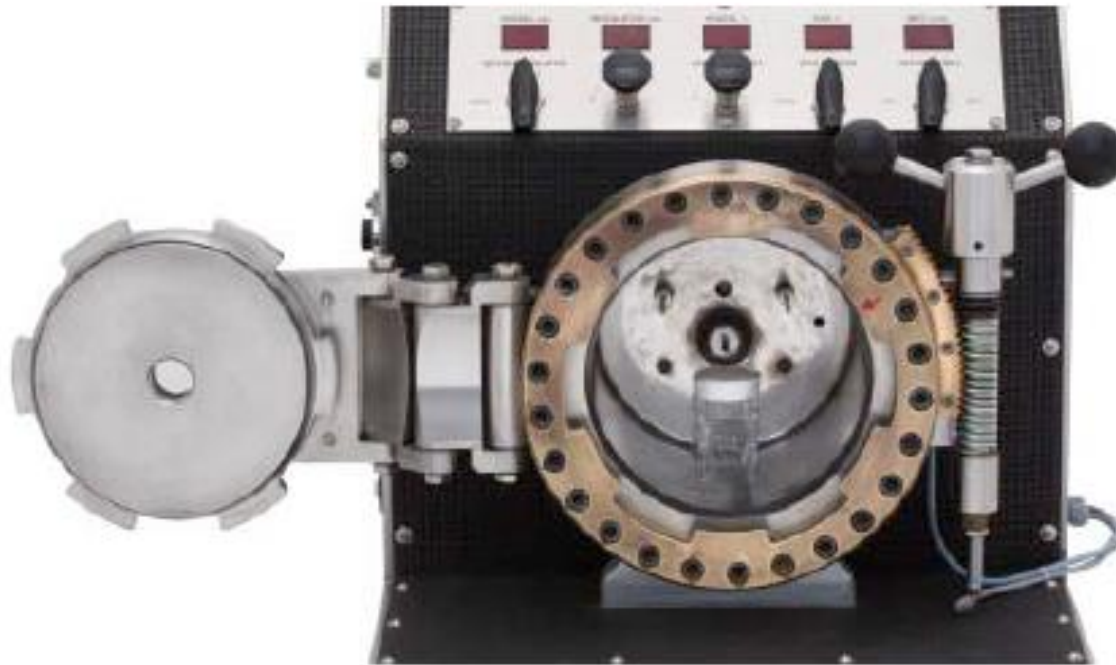


Pyrolyseurs dans le monde



TOTAL = 63 worldwide (2014)

Nouveau system HBO



Avantages du HBO

- Forte capacité d'oxydation des échantillons (RADDEC Ltd)
- Combustion quantitative dans un environnement riche en O₂
- Fonctionne à des pressions ≤100 bar
- Combustion sur échantillons jusqu'à 30g
- Combustion sur matrices très diverses:

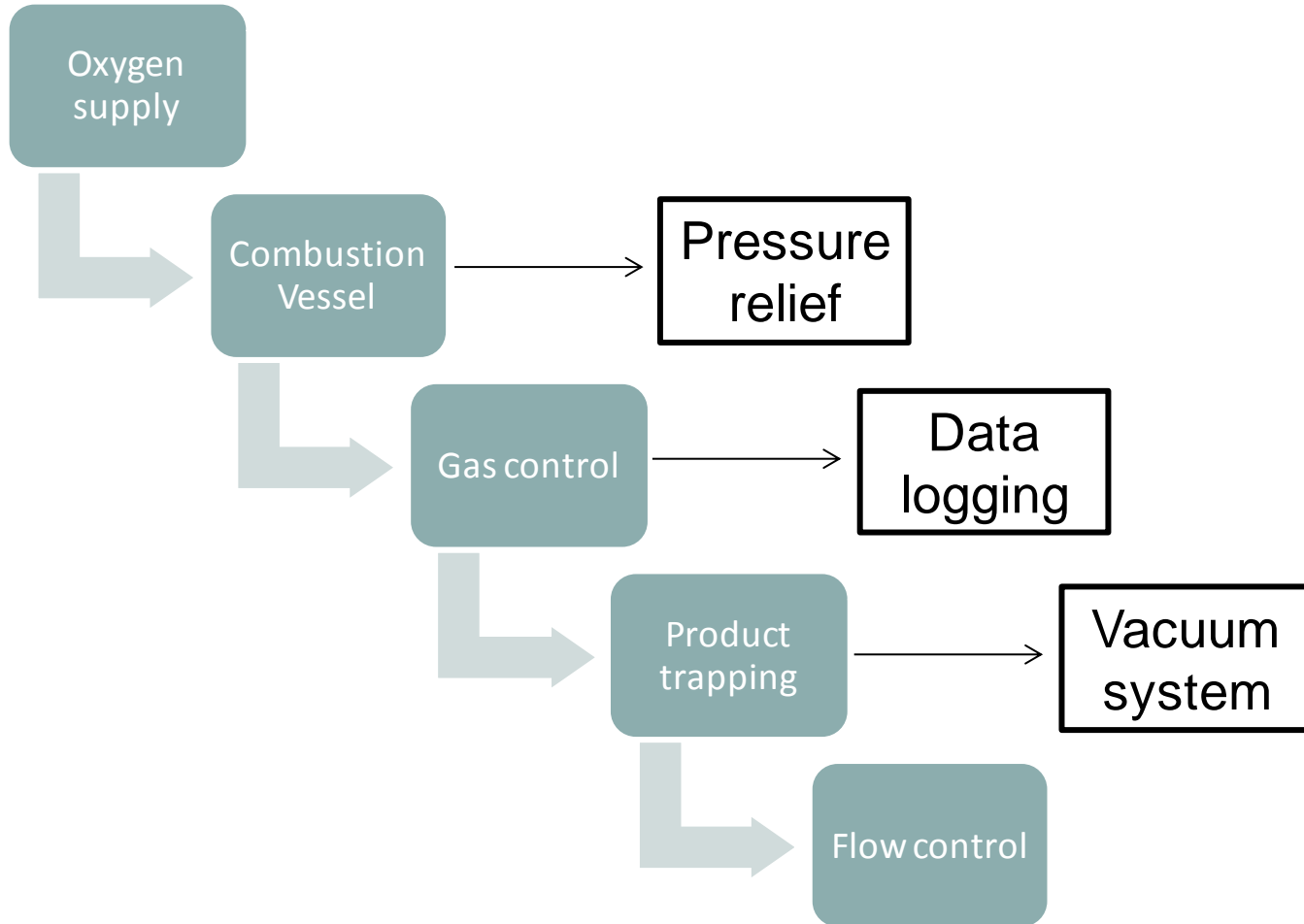
Cellulose (e.g. végétation)

Echantillons environnementaux (biota / vég.)

Huile de pompe à vide

Nitrile (e.g. déchets de laboratoire)

Schéma de l'appareil



Procédure de Combustion



Echantillon en pastille ou coupé à la dimension



Echantillon déposé sur creuset en silice



Chambre avec 10 ou 20 or 30 bar de O₂ pur



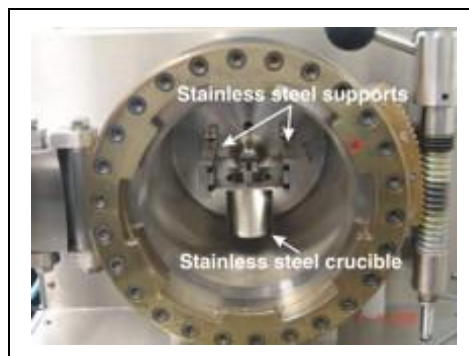
Echantillon sous combustion



Mesure par scintillation liquide



HTO / H₂O piégés via les gaz de combustion

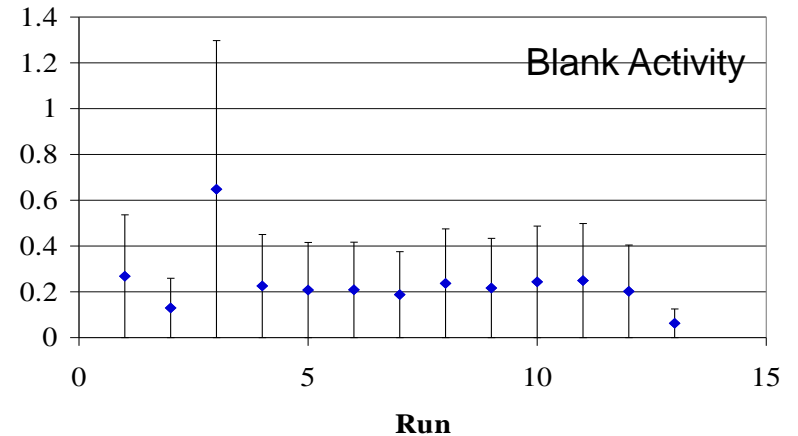
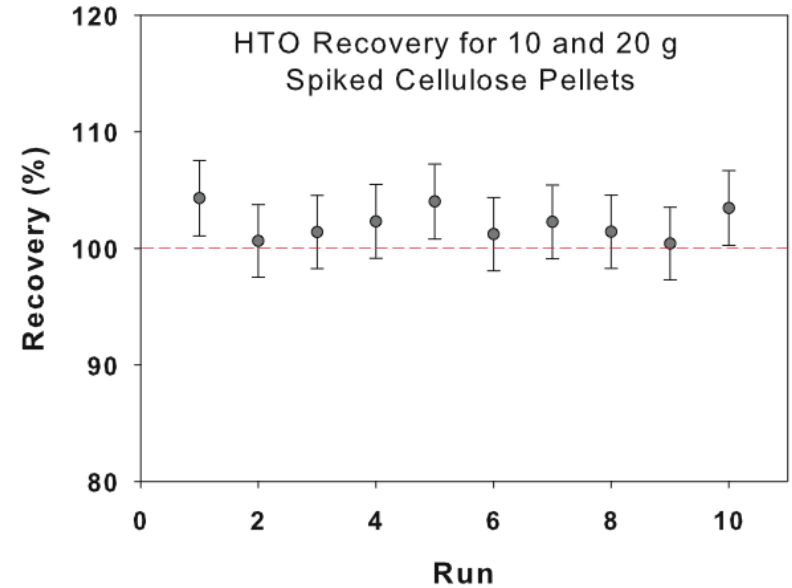


Coupe échantillon en métal

Evaluation de l'appareil

Rendement en activité HTO :

- Récupération de l'activité HTO déposée dans le système HBO
- Pastilles de Cellulose dopées avec HTO (~100 Bq)
- Activité récupérée comparée à l'activité du dopage
- Faible effet mémoire $\leq 0.7\%$



Développement HBO₂ Mk2



High volume pressure relief valve

Improved pressure vessel with resistance wire ignition



Digital flow control and pressure regulation

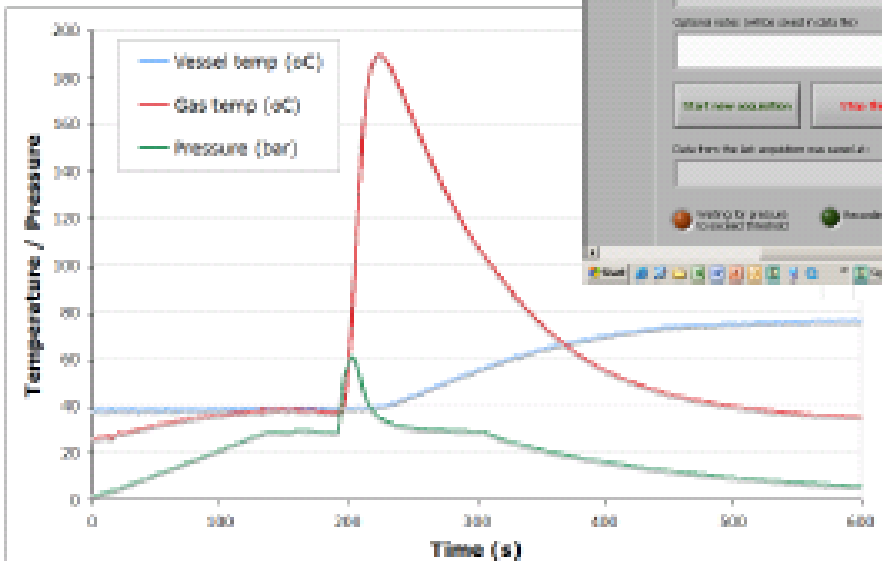
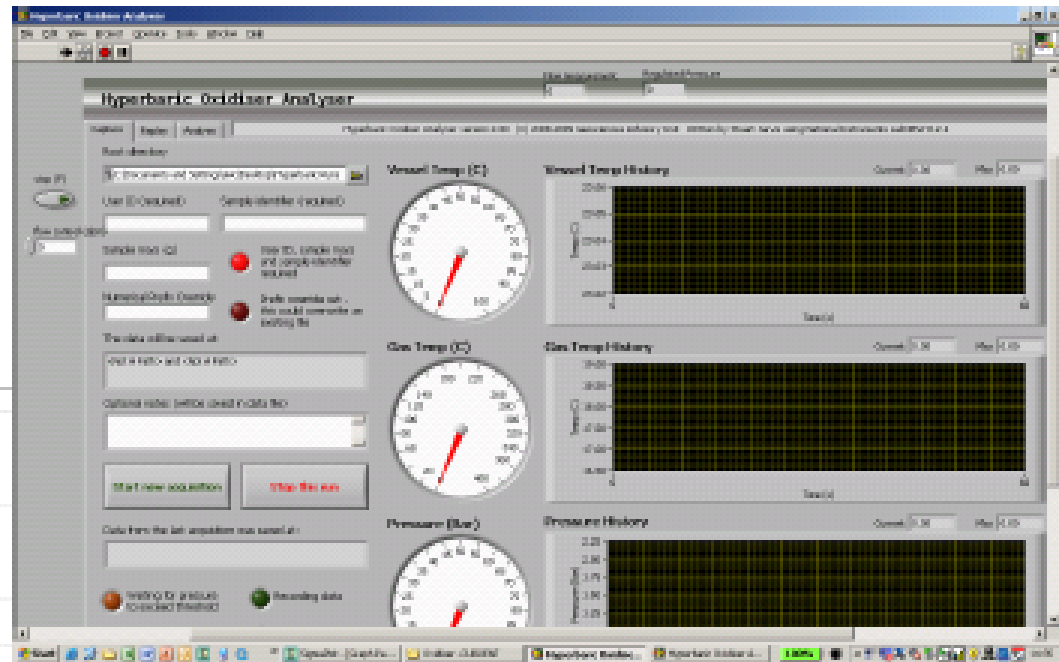


Lightweight yet robust SS frame and lifting system



Real time data output

Interface LabVIEW permet le contrôle du process et l'acquisition des données en continu



Développement de logiciel

LSC+

Liquid scintillation data processing

Raddec LIMS

Laboratory information management system

Itrax plot

Data visualisation software for XRF core loggers

Logiciel LSC+

Results for the H-3 in water (8ml + 12ml Gold Star™)

Report date : 7-Nov-2003

Customer : Raddec Ltd

Job reference : Raddec 372

Date samples received : 6-Nov-2003

Date of analysis : 7-Nov-2003

Working instruction number: - Raddec/RC/2022

Calibration report number: - Raddec/CAL/16

Counter S/N	Laboratory S/N	Reference date	H-3 Bq/ml	2 s.d.
1 INST STD		7-Nov-2003	23.224	2.548
2 6-169-1	372-1	7-Nov-2003	< 0.006	
3 6-169-2	372-2	7-Nov-2003	< 0.007	
4 6-169-3	372-3	7-Nov-2003	< 0.006	
5 6-169-4 STD		7-Nov-2003	0.115	0.014

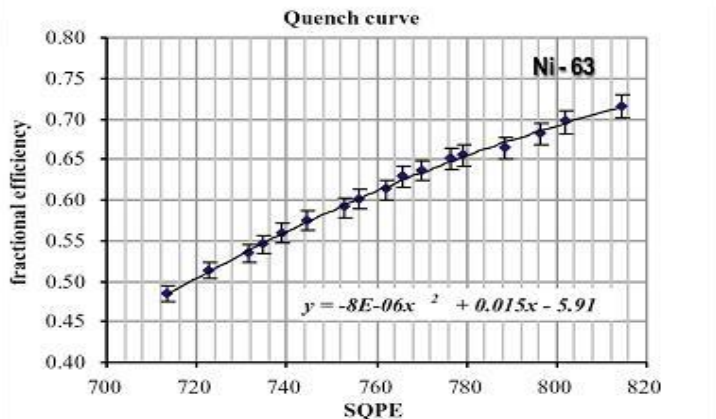
All results are in Bq/ml and are decay corrected to the reference date (12.30 Years half life)

* < values* are limits of detection as defined by Currie, 1968

Uncertainties are at the 2 s.d. confidence level and are based on propagated method uncertainties

Analyst : A Other

- Calcule les activités directement depuis les fichiers du compteur
- Elimine les erreurs de transcription
- Calcule les limites de détection (LODs suivant Currie)
- Contrôle Qualité intégré
- Analyse statistique des résultats
- Rapport complet d'analyse
- Différents formats de fichiers pour compatibilité avec tous les compteurs à scintillation liquide



Pour plus d'information

**Raddec Ltd.
&
Raddec International Ltd.**
Suite 63
151 High Street
Southampton
SO14 2BT
United Kingdom

Tel: (+44) 07739 898344
Fax: (+44) 02380 231667
Email: sales@raddec.com
www.raddec.com

Triskem Ltd
Parc de Lormandière - Bât. C
Rue Maryse Bastié
Campus de Ker Lann
35170 Bruz
France

Tel: + 33.2.99.05.00.09
Fax: . + 33.2.99.05.07.27
Email: info@triskem.fr